

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-108489

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)6月13日

C 09 K 3/14
B 24 B 37/00

6561-4H
7712-3C

審査請求 有 発明の数 5 (全6頁)

⑮ 発明の名称 金属の研摩組成物及び研摩方法

⑯ 特 願 昭59-217206

⑰ 出 願 昭59(1984)10月16日

優先権主張 ⑱ 1983年10月28日 ⑲ 米国(US) ⑳ 546783

㉑ 発 明 者 ウィリアム ブイ. リ アメリカ合衆国カリフォルニア州94560, ニューアーク,
ー ケンブリッジ・コート・5343

㉒ 出 願 人 アムベックス コーポ アメリカ合衆国カリフォルニア州94063, レッドウッド市
レーション ブロードウェイ401番

㉓ 代 理 人 弁理士 飯田 伸行

明 細 書

1. 発明の名称

金属の研摩組成物及び研摩方法

2. 特許請求の範囲

- (1) (a) 水溶性塩素を含有する適度な酸化剤を含む二酸化セリウム粉末または酸化アルミニウム粉末の水懸濁液と、そして(b)コロイド状の酸化アルミニウムまたは二酸化セリウムの水懸濁液との混合物からなり、該混合物が、該混合物中の塩素が遊離するpHを有する腐食性金属の表面を研摩するための組成物。
- (2) 該金属がニッケルまたはニッケル合金である特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (3) 該腐食性金属の表面が磁気メモリディスク用のニッケルまたはニッケル合金でめつきした素材の表面である特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (4) 二酸化セリウム粉末または酸化アルミニウム粉末の粒度が約1μ未満で、そしてコロイド状の酸化アルミニウムまたは二酸化セリウムの粒

(1)

度が約20μ未満である特許請求の範囲第1項に記載の組成物。

- (5) 二酸化セリウム粉末または酸化アルミニウム粉末の粒度が約0.1μ〜約0.5μである特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (6) 該酸化剤が過塩素酸ナトリウムである特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (7) 懸濁液(a)がさらに潤滑剤/表面活性剤を含有する特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (8) 懸濁液(a)が約0.1容量%〜約0.15容量%の過塩素酸塩を含有し、かつ懸濁液(a)の(b)に対する容量比が約1:1〜約3:1である特許請求の範囲第6項に記載の組成物。
- (9) 懸濁液(a)中の二酸化セリウムまたは酸化アルミニウムの濃度が約1容量%〜約5容量%で、そして懸濁液中の二酸化セリウムまたは酸化アルミニウムの濃度が約5容量%〜約10容量%である特許請求の範囲第1項に記載の組成物。
- (10) (a)潤滑剤及び適度な塩素酸化剤を含有する、公称粒度が約1μ未満の酸化アルミニウムの水

(2)

性懸濁液と、そして(b)コロイド状酸化アルミニウムの水性懸濁液との混合物からなり、懸濁液(a)の(b)に対する容量比が約1:1~3:1で、該混合物が、該混合物中の塩素が遊離するpHを有するニッケルまたはニッケル合金の表面を研磨するための組成物。

- 01 生成する混合物が、該混合物中の塩素が遊離するpHを有するような条件下で、(a)水溶性塩素を含有する適度な酸化剤を含む酸化アルミニウム粉末の水性懸濁液と、そして(b)コロイド状酸化アルミニウムの水性懸濁液とを混合することによつて得たニッケルまたはニッケル合金の表面を研磨するための組成物。
- 02 (a)腐食性金属の表面を機械的に研磨すると共に、(b)特許請求の範囲第2項に記載の組成物に該表面を接触させることとなる腐食性金属の表面を研磨する方法。
- 03 該表面を回転研磨パッドに接触させることによつて機械的研磨を行う特許請求の範囲第12項に記載の方法。

(3)

図第11項に記載の組成物に接触させることとなるニッケルまたはニッケル合金の表面を研磨する方法。

- 04 (a)ニッケルまたはニッケル合金表面を回転研磨パッドで機械的に研磨し、(b)塩素を含有する適度な酸化剤を含有する酸化アルミニウム粉末の水性懸濁液に該表面を接触させ、そして(c)その後、研磨を続けながら、該表面にコロイド状酸化アルミニウムを適用し、これによつて(b)の水性懸濁と混合し、水性懸濁液中の塩素を遊離させることとなるニッケルまたはニッケル合金表面を研磨する方法。
- 05 酸化アルミニウム粉末の粒径が約1ミクロン未満、酸化剤が次亜塩素酸ナトリウムで、そして(b)の懸濁液が約0.12容量分の次亜塩素酸塩を含有する特許請求の範囲第21項に記載の方法。
- 06 (a)ニッケルメッキまたはニッケル合金メッキメモリディスクの表面を、約75~150 psiの圧力で塩素を含有する適度な酸化剤を含有する酸化アルミニウム粉末の第1懸濁液で機械的に

(5)

特開昭60-108489(2)

- 07 約10℃~約45℃の温度範囲で実施する特許請求の範囲第13項に記載の方法。
- 08 約75~300 psiの圧力で研磨パッドを該表面に作用させ、かつ約40~80 rpmの回転数で研磨パッドを回転させる特許請求の範囲第14項に記載の方法。
- 09 (a)ニッケルまたはニッケル合金の表面を機械的に研磨すると共に、(b)該表面を特許請求の範囲第10項に記載の組成物に接触させることとなるニッケルまたはニッケル合金の表面を研磨する方法。
- 10 該表面を回転研磨パッドに接触させることによつて機械的研磨を行う特許請求の範囲第16項に記載の方法。
- 11 約25℃~約35℃の温度範囲で実施する特許請求の範囲第17項に記載の方法。
- 12 約25℃~約35℃の温度範囲で行う特許請求の範囲第18項に記載の方法。
- 13 (a)ニッケルまたはニッケル合金の表面を機械的に研磨すると共に、(b)該表面を特許請求の範囲

(4)

研磨した後、第1水性懸濁液にコロイド状酸化アルミニウムの第2水性懸濁液を添加する粗研磨工程と、(b)約150~180 psiの圧力で第1水性懸濁液の存在下摩擦係数が第1研磨パッドよりも小さい第2研磨パッドで該ディスクの表面を機械的に研磨した後、第2水性懸濁液を添加する仕上げ研磨工程からなる該ディスクの2段階研磨方法。

3 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は金属研磨に関する。特にメモリディスクの製造において強磁性フィルムを被着する基質の表面などの無電解ニッケルメッキ表面あるいはニッケル合金メッキ表面を研磨するための組成物並びにその方法に関する。

技術的背景

従来、硬質メモリディスクはニッケル/(三価の)リン合金による無電解メッキ、スパッタリングあるいは真空蒸着によつてメッキされたアルミニウム基体即ち基材で構成されている。

(6)

ニッケルの無電解メッキ法においてはニッケル塩と化学的還元剤の溶液中における相互作用によつてニッケルの連続フィルムを基体に被覆する。メッキに使用するメッキ浴にはニッケル塩及び還元剤を加え、そしてその他に安定剤、緩衝剤、錯化剤等の添加物を加えてもよい。この結果得られるニッケルコーティングは非磁性、アモルファスであり、完成品のディスクの表面に望ましくないくぼみや不均一性を生じさせない充分な硬度がある。しかしニッケル又はニッケル合金の表面は粗く、均一でない。この結果磁気ヘッドがディスクの表面に対して正しく飛ばなくなる。

ニッケル又はニッケル合金メッキ後、被メッキ基体の作用面に所望の表面特性を与えるために例えば研磨する。従来、研磨はケイ素ウエハを研磨するためなどに用いられている研磨パッドで表面を研削または研磨することによつて行つていた。粒状炭化ケイ素などの研磨材のスラリーまたはペーストなどの研磨組成物は研削ま

(7)

イド状の酸化アルミニウムまたは二酸化セリウムの水性懸濁液との混合物からなり、該混合物が、該混合物中の塩素が遊離するpHを有する腐食性金属の表面を研磨するための組成物が提供される。

また本発明によれば、(a)水溶性塩素を含有する適度な酸化剤を含む酸化アルミニウム粉末の水性懸濁液と、そして(b)コロイド状の酸化アルミニウムの水性懸濁液との混合物からなり、該混合物が、該混合物中の塩素が遊離するpHを有するニッケルまたはニッケル合金の表面を研磨するための組成物が提供される。

さらに本発明によれば、(a)腐食性金属の表面を機械的に研磨すると共に(b)腐食性金属の表面を研磨するための上述の組成物に該表面を接触させる事からなる腐食性金属表面の研磨方法が提供される。

さらにまた本発明によれば、(a)ニッケルまたはニッケル合金表面を回転研磨パッドで機械的に研磨し、(b)塩素を含有する適度な酸化剤を含

(9)

特開昭60-108489(3)

たは研磨パッドと共に使用されてきた。このような従来の研磨法は一般にコストが高く、研削または研磨を監視する作業員に大きく依存し、かつ時間がかかるものであつた。

本発明による新しい研磨技術はニッケル／(三価)リンの表面を平坦化すると共に粗さをとり除き、完全な機械的作用ではなく化学的／機械的作用によつてニッケル又はニッケル合金メッキされたメモリ基体を研磨する手段を提供するものである。本発明によれば表面研削の必要がなく、又オペレーターによる欠くことのできない監視も不要である。その上電気メッキ又は無電解メッキ、真空蒸着あるいはスパッタリングによつて薄いフィルム状磁性媒体を被覆するのにすぐ使用できる高品質の研磨済み表面が確実に得られる。

発明の開示

本発明によれば(a)水溶性塩素を含有する適度な酸化剤を含む二酸化セリウム粉末又は酸化アルミニウム粉末の水性懸濁液と、そして(b)コロ

(8)

有する酸化アルミニウム粉末の水性懸濁液に該表面を接触させ、そして(c)その後、研磨を続けながら、該表面にコロイド状酸化アルミニウムを適用し、これによつて(b)の水性懸濁液と混合し、水性懸濁液中の塩素を遊離させる事からなるニッケルまたはニッケル合金表面を研磨する方法が提供される。

本発明の実施形態

本発明の組成物と方法は、硬質メモリディスクを製造するのに使用する事を意図したニッケル又はニッケル合金メッキ素材の作用面を研磨するのに特に好適であるが、各種自動車部品や内燃エンジンのバルブセット等のニッケルメッキ基体の研磨にも使用できる。又本発明は研磨組成物に含まれる酸化剤による溶解や機械的研磨を受け易い金属表面の研磨にも使用する事ができる。

研磨組成物は、酸化アルミニウム(Al_2O_3)又は二酸化セリウム(CeO_2)いずれかの水性二液懸濁液の混合物である。入手が簡単なことと

04

特開昭60-108489(4)

コスト面から酸化アルミニウムが好ましい。

第一の懸濁液は公称結晶粒径が約1ミクロン未満好ましくは約0.1~0.5ミクロン特に望ましくは約0.3ミクロンである酸化アルミニウム粉末を含有する。

このような粉末は普通「アルミナ研磨パウダー」と呼ばれ、インディアナ州インディアナポリスのユニオンカーバイド社等の会社から市販されている。この懸濁液酸化アルミニウム粉末濃度は通常約1~5容量%であり、たいてい約2~3容量%である。この懸濁液のその他の主成分は酸化剤含有水溶性塩素である。酸化剤は懸濁液の中では安定しており、もう一つの懸濁液と混合されるまでは実質的に発生期塩素を遊離させない。酸化剤は次亜塩素酸が好適である。次亜塩素酸ナトリウムも好適な酸化剤である。懸濁液中の酸化剤の量は通常約0.05~0.3容量%の範囲にあり、たいてい約0.1~0.15容量%である。次亜塩素酸ナトリウムの場合、懸濁液中の次亜塩素酸の量は通常0.1~0.15容量%の

01

ーティングされたシリカは純粋なコロイド状アルミナの代替品である。ここで使われる「コロイド状酸化アルミニウム」というタームは純粋なコロイド状酸化アルミニウムとコロイド状のサイズを持つアルミナコーテッド粒子の両者を意味する。この分散液の酸化アルミニウムの粒子は例えば少量の塩素イオンによつて正荷電され、安定化されている。酸化アルミニウム粒子は、酸性pH度、例えばpH 2~6で安定している。この分散液中の酸化アルミニウムの濃度は通常約5~10容量%でたいてい6~8容量%である。(約15:1容量比)

二つの懸濁液が混合されると、その混合物のpHは酸化剤が不安定になり塩素を遊離させるような程度のpHとなる。そしてその塩素は被研磨金属表面を腐蝕させる。二つの懸濁液は通常容量比で3:1から1:1の割合で混合する(酸化剤含有の第一懸濁液対第二懸濁液)。

硬質メモリディスクのためのニッケルメッキ素材のような金属表面は上記組成物の存在下で

03

範囲にあり、好ましくは約0.12容量%である。研磨組成物の好適な懸濁液として、この第一懸濁液は少量の、通常は0.1~1容量%の潤滑/界面活性剤の懸濁物質を含んでいる。カリフォルニア州プレサントンのプレミアケミカル社がシルコノックスラップという商標名で販売しているようなラッピング化合物は好適な潤滑/界面活性剤である。潤滑/界面活性剤は酸化アルミニウムの粒子の懸濁状態を保つのに役立つと同時に、研磨される表面と機械的研磨媒体の界面潤滑に役立つ。蒸留水は好適な水性懸濁媒体である。この懸濁液のpHは通常弱塩基性であり、例えば約9.2~10.2でありたいていは約9.6である。

第二懸濁液もコロイド状酸化アルミニウムもしくは二酸化セリウムを含有する。ここでも又、その入手の容易さとコストの面でコロイド状酸化アルミニウムが好ましい。この酸化アルミニウムの公称結晶粒径はコロイド状の範囲(約10~10000 Å)である。コロイド状アルミナコ

02

機械的研磨を表面に施す事によつて上記組成物で研磨される。研磨の結果、酸化アルミニウムの研磨性に助けられて、メカニカルになめらかさや表面の摩耗が得られる。そして酸化剤は表面に適度な化学的作用と表面の溶解を与える。このように化学的なメカニズムと機械的なメカニズムとの組合せによつて研磨が達成される。

予め定められた圧縮力のもとでパッドと表面の相対的な動きによつて金属表面と研磨パッドを接触させて実施するのが有利である。その結果パッドと表面の動摩擦によつて表面に所望の摩耗となめらかさが得られる。相対的な動きは表面とパッドのどちらか一方あるいは両方の回転によつて達せられるのが望ましい、ガラス又はエレクトロニクス業界の半導体を研磨するのに用いられる工業用に市販されている研磨パッドを使用する事ができる。パッドは例えばポリウレタンフォームのような微孔性ポリマーから成り、フェルト、ラテックス充填フェルト、密なポリウレタン又はラテックスのどれかで、ラ

04

イニングされている。本発明の方法に使用されるパッドは有孔のものが望ましい。これらパッドの表面の摩擦係数は異なるが、異なつた摩擦係数を有するパッドを使用して多段階（例えば粗研摩とその後の仕上げ研摩）で本発明の方法を実施する事は本発明の範囲内である。例えば粗研摩の後に仕上げ研摩を行う方法において仕上げ研摩で使用するパッドは粗研摩で使用するパッドよりも摩擦係数が低い。

シリコン半導体や電子産業製品等を研摩するのに使用される研摩機をメッキされたディスクの素材を研摩するのに使用する事が出来る。研摩機は基本的には一对のプラテンから成っている。一つのプラテンがラックを有しその上に一つ又はそれ以上のディスクを取りつける。もう一つのプラテンは駆動回転板を有しその上に研摩パッドを取りつける。研摩機にはプラテン間の圧力をコントロールする手段とプラテンの温度をコントロールする手段とプラテンとプラテンの間の空間に液体を注入するための手段とを

09

り、特に4～6分である。この第1段階の後、第2のコロイド状酸化アルミニウム懸濁液を酸化剤含有懸濁液によつて即ち濡れている界面に注ぐ。第2懸濁液の注入によつて酸化剤から塩素が遊離しその結果化学的作用と表面の溶解が起る。このように第2段階の研摩は機械的なものと化学的なものと両方である。第2段階におけるプラテン間の圧力は通常150～180 psi ヘッドプラテン圧力（1.5～1.8 材料圧力、1 平方インチ当り psi）。第2段階の時間は通常1～10分で特に1～2分である。温度は約10℃～45℃の範囲で維持される。両段階共、約25℃～35℃が望ましい。研摩が完了するとプラテンは離れてメッキされたディスク素材をとりはずし、水で洗浄する。その後ディスクは、強磁性薄膜の肌理調整や塗布のような様々な研摩後のステップを経る。

次の実施例は本発明の組成と方法を更に説明するものである。しかしこの実施例は本発明を決して限定するものではない。

09

特開昭60-108489(5)

有している。本発明方法を実施する好適な形態としてはこのような機械を使用する。

好適な形態においてメッキされたディスク素材を一つのプラテン上に取りつけ、片方のプラテンに好適な研摩パッドを取りつける。研摩パッドがおよそ40～80 rpm、特に約55～65 rpm で回転している間に二つのプラテンを近づける。酸化剤を含む懸濁液をプラテンの界面に液注入手段によつて同時に注ぐ。液をメッキされたディスク素材の中心・中央部に注入できるように液注入手段を形成するのが望ましい。懸濁液を界面に注入するとその中の酸化アルミニウムがディスク表面の機械的研摩を補助する。この段階のプラテン間の圧力は通常75～300 psi ヘッドプラテン圧力の範囲にあり（0.75～3.0 材料圧力、1 インチ平方当り psi）、特に75～180 psi ヘッドプラテン圧力（0.75～1.8 材料圧力、1 インチ平方当り psi）。この段階における研摩は基本的には機械的である。この第1研摩段階の時間は通常1～10分の範囲であ

09

潤滑油と酸化剤（粗いスラリー）を含有する Al_2O_3 粉末の懸濁液は次の方法によつて作られた。

成	分	量
蒸溜水		250 ガロン
Al_2O_3 (Linde, タイプA 公称結晶 粒径0.3ミクロン)		20 ポンド
次亜塩素酸ナトリウム、水溶液、5.25%		6 ガロン
潤滑油、Silconox Lap ラッピング化合物		650 ml

この懸濁液は pH が約9.6で比重が1.005であつた。

Nalco ISJ-612 アルミナコーティッドシリカゾルをコロイド状酸化アルミニウム（仕上げスラリー）の懸濁液として使用した、ゾル135 ガロンに対し蒸溜水200ガロンの割合でゾルと蒸溜水を混合した。この懸濁液中の粒子の平均結晶粒径は20ミリミクロンであつた。

懸濁液は攪拌機をそなえた保存容器に別々に保存した。二台の市販標準型研摩機のパルプに

09

容器を接続した。研磨機は、25℃～35℃の範囲にセットされているプラテンの温度調節機を備えていた。

研磨は二台の機械を使用して二段階作業：即ち第一段階は粗研磨、第二段階は仕上げ研磨で行った。

無電解メッキしたNi 5.25 インチメモリディスク（A8ベース）をキャリアの上に取っつけ、キャリアは粗研磨機のヘッドプラテン上に取っつけた。粗研磨機のベースプラテンに約65rpmで回転するRodel 205 有孔研磨パッドを装着した。仕上げ研磨機のベースプラテンに同じスピードで回転するCompo 4600A 無孔研磨パッドを装置した。各研磨機には四本のスラリー供給ラインを具えた。その内二本は粗スラリーラインで、その一本はベースプラテンの中心に設置し、他の一本はベースプラテンの研磨パッドの中間点に設置した。残る二本のラインは仕上げスラリーと洗浄用である。粗スラリーと仕上げスラリーは次に掲げる流量と位置でラインにより供給した。

09

サイクル3：リンス、低圧、0.5分
メッキされたディスク素材の片側を研磨した後、メッキされた素材を裏返し、もう一方の側を上記のように研磨した。

本発明を実施するための上述の形態の変形は化学、金属研磨、レコーディングメディア及び関連分野における当業者にとって自明であり、次のクレームの範囲内にあるものである。

特許出願人 アムベックス コーポレーション

代理人 飯田 伸 行



特開昭60-108489(6)

粗スラリー、	中心	12 gph
粗スラリー、	中間点	6 gph
仕上げスラリー、	中心	18 gph
洗浄(脱イオン水)、	中心	24 gph

ヘッドプラテンの圧力は次の通りであつた。

粗 研 磨	-	高 圧	150 psi
粗 研 磨	-	低 圧	75 psi
仕上げ研磨	-	高 圧	180 psi
仕上げ研磨	-	低 圧	150 psi

粗研磨段階は次のような4サイクルで構成された。

- サイクル1：粗スラリー及びすすぎ、低ヘッド圧、1分
- サイクル2：粗スラリー、高ヘッド圧、2.5分
- サイクル3：仕上げスラリー、高ヘッド圧、1分
- サイクル4：リンス、低圧 0.5分

粗研磨段階の後、キャリアを粗研磨機から取りはずし、仕上げ研磨機に移した。仕上げ研磨段階は次の三サイクルで構成した。

- サイクル1：粗スラリー、低圧、0.5分
- サイクル2：仕上げスラリー、高圧、1分

09